

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/KR05/000554

International filing date: 28 February 2005 (28.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: KR

Number: 10-2004-0024704

Filing date: 10 April 2004 (10.04.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 30 March 2005 (30.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

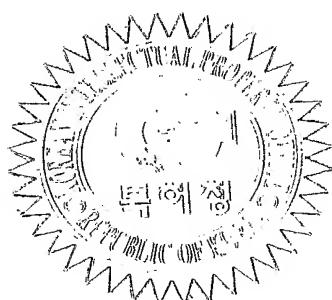
This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출 원 번 호 : 10-2004-0024704
Application Number

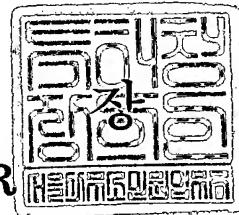
출 원 년 월 일 : 2004년 04월 10일
Date of Application APR 10, 2004

출 원 인 : 주식회사 태평양
Applicant(s) AMOREPACIFIC CORPORATION

2005 년 01 월 10 일



특 허 청
COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2004.04.10
【발명의 명칭】	펜타에리스리톨 유도체와 이의 제조방법, 및 이를 포함하는 액정베이스
【발명의 영문명칭】	Pentaerythritol derivatives and a method for preparation thereof, and liquid crystal base containing the same
【출원인】	
【명칭】	주식회사 태평양
【출원인코드】	1-1998-003983-5
【대리인】	
【성명】	윤동열
【대리인코드】	9-1998-000307-3
【포괄위임등록번호】	2003-051571-8
【발명자】	
【성명의 국문표기】	유재원
【성명의 영문표기】	YOU, Jae Won
【주민등록번호】	740902-1231753
【우편번호】	138-240
【주소】	서울특별시 송파구 신천동 미성아파트 4동 802호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이찬우
【성명의 영문표기】	LEE, Chan Woo
【주민등록번호】	740205-1798019
【우편번호】	463-915
【주소】	경기도 성남시 분당구 정자동 한솔마을 한일아파트 305동 303호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	김덕희
【성명의 영문표기】	KIM, Duck Hee
【주민등록번호】	601013-2051117

【우편번호】 137-030
【주소】 서울특별시 서초구 잠원동 헤미리아파트 2동 902호
【국적】 KR
【발명자】
【성명의 국문표기】 김길중
【성명의 영문표기】 KIM,Kil Joong
【주민등록번호】 690307-1543810
【우편번호】 449-906
【주소】 경기도 용인시 기흥읍 서천리 예현마을 현대홈타운아파트 105동 702 호
【국적】 KR
【발명자】
【성명의 국문표기】 남개원
【성명의 영문표기】 NAM,Gae Won
【주민등록번호】 750927-1025211
【우편번호】 449-905
【주소】 경기도 용인시 기흥읍 상갈리 상갈주공아파트3단지 301동 1108 호
【국적】 KR
【발명자】
【성명의 국문표기】 이병석
【성명의 영문표기】 LEE,Byoung Seok
【주민등록번호】 730705-1665619
【우편번호】 441-841
【주소】 경기도 수원시 권선구 금곡동 243번지 101-1802호
【국적】 KR
【발명자】
【성명의 국문표기】 장이섭
【성명의 영문표기】 CHANG,Ih Seop
【주민등록번호】 580910-1386711
【우편번호】 449-759
【주소】 경기도 용인시 수지읍 풍덕천리 703 동보아파트 102동 1104호
【국적】 KR
【심사청구】 청구

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사 를 청구합니다. 대리인 윤동열 (인)

【수수료】

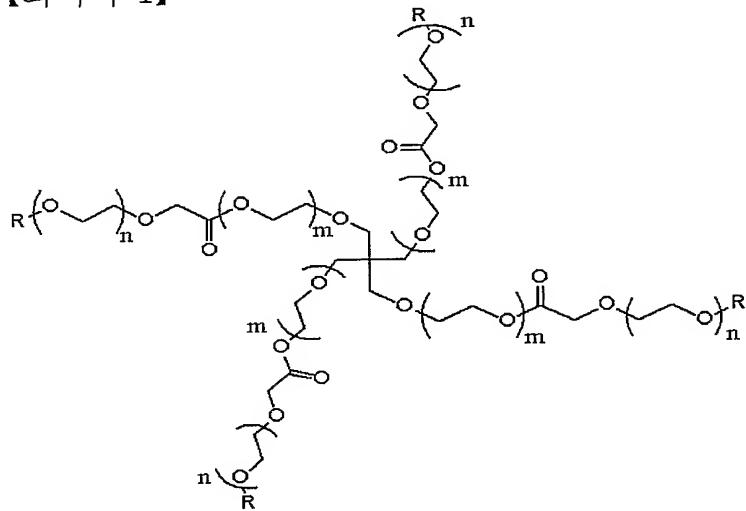
【기본출원료】	0 면	38,000 원
【가산출원료】	42 면	0 원
【우선권주장료】	0 건	0 원
【심사청구료】	7 항	333,000 원
【합계】	371,000 원	
【첨부서류】	1. 위임장[2003년 7월 24일자 포괄위임등록]_1통	

【요약서】

【요약】

본 발명은 피부에 적용되었을 때 각질층의 수분 유지 능력을 향상시키며, 특히 건조환경에서도 높은 보습력을 보이는, 하기 화학식 1로 표시되는 펜타에리스리톨 유도체 및 이의 제조 방법, 그리고 이를 포함하는 액정베이스에 관한 것이다.

【화학식 1】



(상기 식에서, R은 서로 동일하거나 다른 수소 또는 히드록시기를 포함하거나 포함하지 않는 탄소수 1 내지 24개의 포화, 불포화 및 직쇄, 분지쇄를 포함하는 알킬기이고; m은 0 내지 10, n은 1 내지 10의 서로 동일하거나 다른 정수이다.)

【대표도】

도 1

【색인어】

펜타에리스리톨 유도체*건조환경*수분유지능력*보습력*액정베이스

【명세서】

【발명의 명칭】

펜타에리스리를 유도체와 이의 제조방법, 및 이를 포함하는 액정베이스 {Pentaerythritol derivatives and a method for preparation thereof, and liquid crystal base containing the same}

【도면의 간단한 설명】

도 1은 제조예 3의 액정베이스를 편광현미경으로 관찰한 결과이다.

도 2는 제조예 8의 액정베이스를 편광현미경으로 관찰한 결과이다.

도 3은 제조예 17의 액정베이스를 편광현미경으로 관찰한 결과이다.

도 4는 제조예 21의 액정베이스를 편광현미경으로 관찰한 결과이다.

【발명의 상세한 설명】

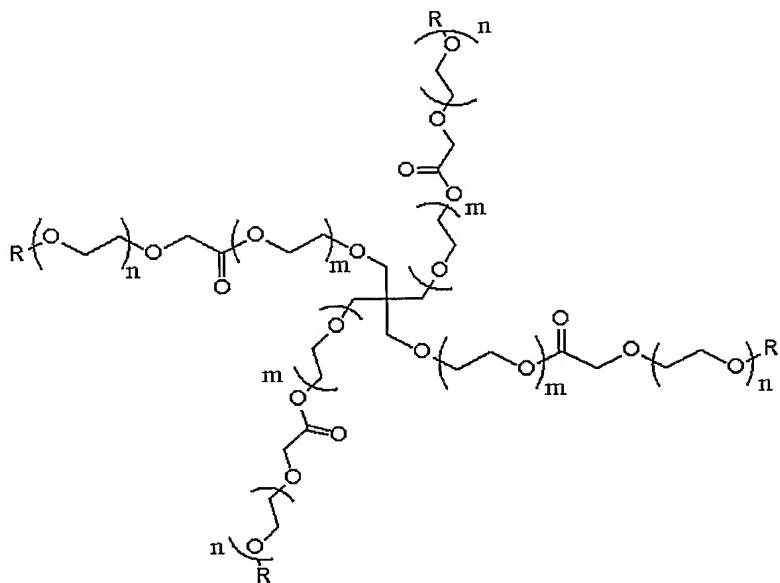
【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<5> 본 발명은 피부에 적용되었을 때 각질층의 수분 유지 능력을 향상시키며, 특히 건조환경에서도 높은 보습력을 보이는, 하기 화학식 1로 표시되는 펜타에리스리를 유도체 및 이의 제조방법, 그리고 이를 포함하는 액정베이스에 관한 것이다.

<6> [화학식 1]

<7>



<8> (상기 식에서, R은 서로 동일하거나 다른 수소 또는 히드록시기를 포함하거나 포함하지 않는 탄소수 1 내지 24개의 포화, 불포화 및 칙쇄, 분지쇄를 포함하는 알킬기이고; m은 0 내지 10, n은 1 내지 10의 서로 동일하거나 다른 정수이다.)

<9> 피부의 각질층은 외부의 유해물질로부터 인체를 보호하며, 피부 내의 수분이 외부로 증발되는 것을 억제하여 피부가 촉촉함을 유지하도록 하는 기능을 담당하고 있다. 그러나, 나이가 들어 피부의 노화가 진행됨에 따라 이러한 피부 각질층의 기능이 저하되어 피부가 건조함을 느끼기 쉬워지며, 더욱이 건조한 겨울철에는 이러한 경향이 더욱 커진다.

<10> 이러한 이유로 피부가 느끼는 건조감을 개선하기 위한 많은 보습제들이 개발되어 왔다. 대표적인 예로서 수용성 유래의 보습제와 세라미드를 들 수 있다. 아미

노산, 유기산, 요소 등과 같은 수용성 유래의 보습제들은 수분을 흡수하는 능력이 뛰어나 각질층에 수분을 제공하기 때문에 가장 보편적인 보습제로 사용되고 있다. 하지만 겨울철과 같이 습도가 낮은 건조환경에서는 보습력이 현저하게 감소하는 문제점을 보이고 있다. 그리고 세라미드는 피부 각질층 세포간 지질의 중요한 구성 성분으로서 피부 장벽기능 강화 및 피부의 수분 유지에 뛰어난 효과를 보이지만, 화장료에 사용되는 오일들과의 상용성이 떨어져 높은 함량이 사용되었을 때에는 제형의 안정성이 떨어지는 단점을 보이고 있다. 이 때문에 실질적인 유효 농도를 사용하는데 어려움이 있다.

<11> 따라서, 건조환경에서도 높은 보습력을 보여 피부의 수분 유지에 우수한 효과를 보이면서도 화장료에의 사용이 용이한 유용성 유래의 보습제의 개발이 필요한 실정이다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<12> 이에, 본 발명자들도 상기한 점에 착안하여 유용성 유래의 보습제를 개발하고자 예의 연구하여 왔으며, 그 결과 건조환경에서도 높은 보습력을 보이는 하기 화학식 1로 표시되는 펜타에리스리톨 유도체를 개발하게 되어 본 발명을 완성하게 되었다.

<13> 따라서, 본 발명의 목적은 피부에 적용되었을 때 각질층의 수분 유지 능력을 향상시키며, 특히 건조환경에서도 높은 보습력을 보이는, 하기 화학식 1로 표시되는 펜타에리스리톨 유도체를 제공하는 것이다.

<14> 본 발명의 다른 목적은 상기한 펜타에리스리톨 유도체의 제조방법을 제공하는 것이다.

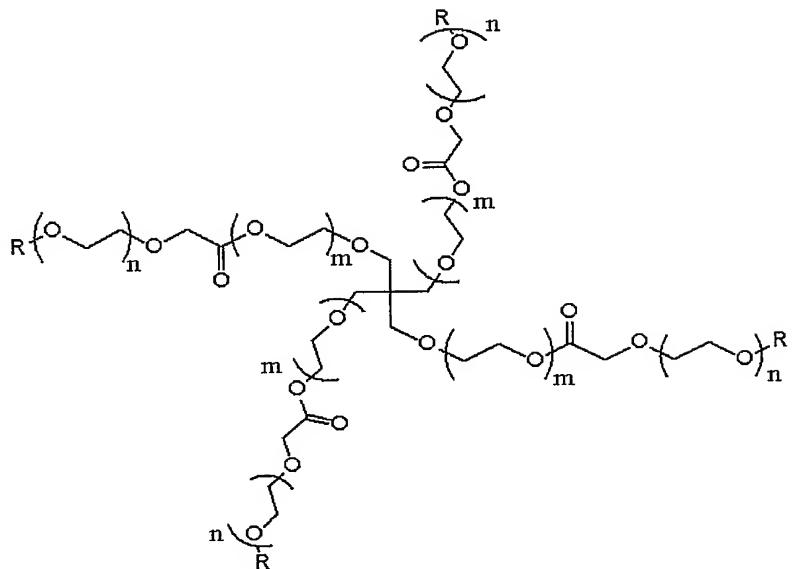
<15> 본 발명의 또 다른 목적은 상기한 펜타에리스리톨 유도체를 포함하는 액정베이스를 제공하는 것이다.

【발명의 구성 및 작용】

<16> 본 발명에 의하면, 하기 화학식 1로 표시되는 펜타에리스리톨 유도체들이 제공된다.

<17> [화학식 1]

<18>



<19> (상기 식에서, R은 서로 동일하거나 다른 수소 또는 히드록시기를 포함하거나 포함하지 않는 탄소수 1 내지 24개의 포화, 불포화 및 직쇄, 분지쇄를 포함하는 알킬기이고; m은 0 내지 10, n은 1 내지 10의 서로 동일하거나 다른 정수이다.)

<20> 본 발명에 의해 제공되는 상기한 펜타에리스리톨 유도체는, 후술하는 시험예에서 그 효과가 확인되는 바와 같이, 피부에 적용되었을 때 각질층의 수분 유지 능력을 향상시키며, 특히 건조환경에서도 높은 보습력을 보인다. 게다가, 본 발명의 상기한 펜타에리스리톨 유도체는 액정베이스 내에 높은 함량으로 배합되어 안정하게 액정을 형성할 수 있다.

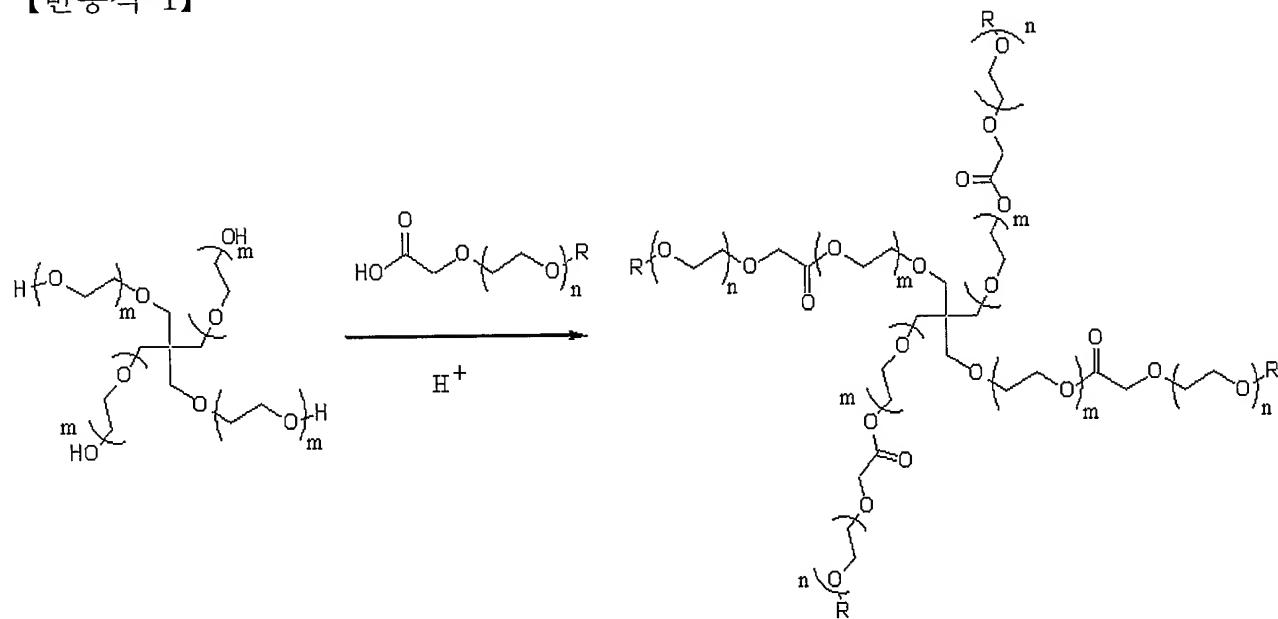
<21> 본 발명에 의해 제공되는 상기한 펜타에리스리톨 유도체는 하기의 단계를 포함하는 제조 방법에 의해 제조될 수 있다:

<22> (1) 펜타에리스리톨, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(pentaerythritol ethoxylate) 또는 펜타에리스리톨 프로포록실레이트(pentaerythritol propoxylate)를, 에틸렌글리콜 반복기($-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}-$)를 갖는 카르복실산과, 산 촉매 존재하에 환류시켜 펜타에리스리톨 유도체를 합성하는 단계;

<23> (2) 상기 단계 (1)에서 합성된 펜타에리스리톨 유도체를 정제하는 단계.

<24> 본 발명에 따른 펜타에리스리톨 유도체의 제조방법은 하기의 반응식 1로 도식화될 수 있다.

<25> 【반응식 1】



<26> 이하, 본 발명에 따른 펜타에리스리톨 유도체의 제조방법을 단계별로 구체적으로 설명한다.

<27> 단계 (1) : 펜타에리스리톨 유도체를 합성하는 단계

<28> 상기한 단계 (1)에서의 펜타에리스리톨 에톡실레이트 또는 펜타에리스리톨 프로폭실레이트는 분자 내에 전체적으로 4 내지 40개의 에틸렌글리콜 반복기($-OCH_2CH_2O-$) 또는 프로필렌글리콜 반복기($-OCH_2CH_2CH_2O-$)를 갖는 펜타에리스리톨 에톡실레이트 또는 펜타에리스리톨 프로폭실레이트를 들 수 있다.

<29> 또한, 상기한 단계 (1)에서의 카르복실산은 에틸렌글리콜 반복기($-OCH_2CH_2O-$)를 갖는, 탄소수 6 내지 75개의 포화, 불포화 및 직쇄, 분지쇄를 포함하는 카르복실산으로서, 그 예로는 글리콜산 에톡실레이트 4-*tert*-부틸페닐 에테르(glycolic acid ethoxylate 4-*tert*-butylphenyl ether), 글리콜산 에톡실레이트 4-노닐페닐 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 헵틸 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 옥틸 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 노닐 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 테실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 라우릴 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 테트라데실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 헥사데실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 스테아릴 에테르(glycolic acid ethoxylate stearyl ether), 글리콜산 에톡실레이트 올레일 에테르(glycolic acid ethoxylate oleyl ether) 등을 들 수 있으나, 여기에 국한되는 것은 아니다.

<30> 이 단계에서 사용되는 유기용매로는 물과 공비중류가 가능한 용매가 바람직하며, 예로서 벤젠, 툴루엔, 자일렌 등을 들 수 있다. 또한, 이들 용매와, 디클로로메탄, 테트라히드로퓨란, 초산에틸, 아세토니트릴, 클로로포름, 에틸에테르, 트리클로로에틸렌, 디메틸포름아미드 등과의 혼합 용매도 가능하다.

<31> 또한, 이 단계에 사용되는 산 촉매로는 *p*-톨루엔су폰산, 피리딘 *p*-톨루엔су폰산염 등의 유기산; 황산, 염산 등의 무기산 등이 가능하다. 그리고 산 촉매의 사용 당량은 0.001~2 당량

까지 가능하나, 0.01 당량 미만에서는 반응이 느려지고, 0.2 당량을 초과하는 경우에는 부반응이 진행될 수 있으므로, 0.01~0.2 당량이 바람직하다.

<32> 단계 (2) : 펜타에리스리톨 유도체를 정제하는 단계

<33> 상기한 단계 (1)에서 합성된 펜타에리스리톨 유도체는 무극성 용매로 분액하여 불순물을 제거함으로써 정제할 수 있다.

<34> 이 단계에 사용되는 무극성 용매로는 펜탄, 헥산, 헵탄, 시클로헥산, 옥탄, 이소옥탄, 데칸 등을 들 수 있으나, 여기에 국한되는 것은 아니다. 이 무극성 용매의 사용량은 펜타에리스리톨 유도체의 질량 대비 30~200%가 가능하나, 70% 미만에서는 불순물 제거가 용이하지 않고, 150%를 초과하는 경우에는 수율이 감소할 수 있으므로, 70~150%가 바람직하다.

<35> 이하, 실시예 및 제조예를 통하여 본 발명을 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명이 이를 예로만 한정되는 것은 아니다.

<36> <실시예 1> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르 (펜타에리스리톨 헥세스-4 카르복실레이트)의 제조 (Preparation of pentaerythritol glycolic ester ethoxylate hexyl ether (pentaerythritol hexeth-4 carboxylate))

<37> 펜타에리스리톨 13.6g(100mmol)과 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 110.4g(400mmol)을 벤젠 2ℓ에 용해시켰다. 얻은 용액에 *p*-톨루엔су폰산 7.6g(40mmol)을 넣고 교반시키면서 환류시켰다. 이 때 딘스탁(Dean-stark)을 이용하여 물을 제거하면서 8시간 동안 반응시켰다.

<38> 반응이 종료된 후, 유기층을 물 1ℓ로 두 번 세척하고 유기층을 분리하여 무수황산나트륨으로 건조시킨 후 여과하였다. 여과 후 남은 용액을 감압증류하여 농축한 후 헥산 100mℓ로 분액하여 헥산층을 제거하였다. 남은 분액을 다시 감압증류하여 농축하여 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르(펜타에리스리톨 헥세스-4 카르복실레이트) 93g을 얻었다.

<39> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.18(16H), 3.65(48H), 3.44(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(24H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<40> <실시예 2> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르 (펜타에리스리톨 헥세스-6 카르복실레이트)의 제조

<41> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-6 카르복실산) 145.6g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르(펜타에리스리톨 헥세스-6 카르복실레이트) 121.5g을 얻었다.

<42> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.18(16H), 3.66(80H), 3.44(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.56(8H, m), 1.26(24H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<43> <실시예 3> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르 (펜타에리스리톨 카프레스-4 카르복실레이트: pentaerythritol capreth-4 carboxylate)의 제조

<44> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 혼실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 옥틸 에테르(카프레스-4 카르복실산) 121.6g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르(펜타에리스리톨 카프레스-4 카르복실레이트) 104.6g을 얻었다.

<45> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(48H), 3.45(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(40H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<46> <실시예 4> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르 (펜타에리스리톨 카프레스-6 카르복실레이트)의 제조

<47> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 혼실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 옥틸 에테르(카프레스-6 카르복실산) 164.0g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르(펜타에리스리톨 카프레스-6 카르복실레이트) 137.2g을 얻었다.

<48> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(80H), 3.46(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(40H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<49> <실시예 5> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 라우레스-4 카르복실레이트: pentaerythritol laureth-4 carboxylate)의 제조

<50> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 혼실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 라우릴 에테르(라우레스-4 카르복실산) 144.0g(400mmol)을 사용하여 실시예 1

과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 라우레스-4 카르복실레이트) 121.2g을 얻었다.

<51> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(48H), 3.46(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(72H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<52> <실시예 6> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 라우레스-6 카르복실레이트)의 제조

<53> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 라우릴 에테르(라우레스-6 카르복실산) 184.0g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 라우레스-6 카르복실레이트) 158.5g을 얻었다.

<54> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(80H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(72H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<55> <실시예 7> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 라우레스-10 카르복실레이트)의 제조

<56> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 라우릴 에테르(라우레스-10 카르복실산) 254.4g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 라우레스-10 카르복실레이트) 218.4g을 얻었다.

<57> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(144H), 3.46(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(72H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<58> <실시예 8> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 세테스-4 카르복실레이트: pentaerythritol ceteth-4 carboxylate)의 제조

<59> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 세틸 에테르(세테스-4 카르복실산) 162.4g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 세테스-4 카르복실레이트) 138.2g을 얻었다.

<60> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(48H), 3.46(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(104H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<61> <실시예 9> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 세테스-6 카르복실레이트)의 제조

<62> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 세틸 에테르(세테스-6 카르복실산) 197.6g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 세테스-6 카르복실레이트) 163.8g을 얻었다.

<63> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(80H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(104H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<64> <실시예 10> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 세테스-10 카르복실레이트)의 제조

<65> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 세틸 에테르(세테스-10 카르복실산) 268.0g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 세테스-10 카르복실레이트) 247.4g을 얻었다.

<66> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(144H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(104H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<67> <실시예 11> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 올레일 에테르 (펜타에리스리톨 올레스-6 카르복실레이트)의 제조

<68> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 올레일 에테르(올레스-6 카르복실산) 216.0g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 올레일 에테르(펜타에리스리톨 올레스-6 카르복실레이트) 187.1g을 얻었다.

<69> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 5.64(8H), 4.16(16H), 3.67(80H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 2.02(16H), 1.57(8H, m), 1.27(80H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<70> <실시예 12> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 스테아레스-4 카르복실레이트: pentaerythritol steareth-4 carboxylate)의 제조

<71> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 스테아릴 에테르(스테아레스-4 카르복실산) 173.6g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 스테아레스-4 카르복실레이트) 151.1g을 얻었다.

<72> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.68(48H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(120H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<73> <실시예 13> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 스테아레스-6 카르복실레이트)의 제조

<74> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 스테아릴 에테르(스테아레스-6 카르복실산) 208.8g(400mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 스테아레스-6 카르복실레이트) 183.6g을 얻었다.

<75> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(80H), 3.47(8H, t, $J=6.6\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(120H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<76> <실시예 14> 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 스테아레스-10 카르복실레이트)의 제조

<77> 실시예 1에서 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르(헥세스-4 카르복실산) 대신에, 글리콜산 에톡실레이트 스테아릴 에테르(스테아레스-10 카르복실산) 279.2g(400mmol)을 사용하여 실시

예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 스테아레스-10 카르복실레이트) 238.1g을 얻었다.

<78> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(144H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.58(8H, m), 1.26(120H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<79> <실시예 15> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 헥세스-4 카르복실레이트)의 제조
(Preparation of pentaerythritol ethoxylate(3/4 EO/OH) glycolic ester ethoxylate hexyl ether (pentaerythritol ethoxylate(3/4 EO/OH) hexeth-4 carboxylate)

<80> 실시예 1에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 헥세스-4 카르복실레이트) 136.5g을 얻었다.

<81> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(60H), 3.44(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.56(8H, m), 1.26(24H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<82> <실시예 16> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 헥세스-6 카르복실레이트)의 제조

<83> 실시예 2에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4

EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 헥세스-6 카르복실레이트) 137.1g을 얻었다.

<84> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.18(16H), 3.66(92H), 3.44(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(24H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<85> <실시예 17> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 카프레스-4 카르복실레이트)의 제조

<86> 실시예 3에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 카프레스-4 카르복실레이트) 119.9g을 얻었다.

<87> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(60H), 3.45(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(40H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<88> <실시예 18> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 카프레스-6 카르복실레이트)의 제조

<89> 실시예 4에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 카프레스-6 카르복실레이트) 153.1g을 얻었다.

<90> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(92H), 3.46(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(40H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<91> <실시예 19> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 라우레스-4 카르복실레이트)의 제조

<92> 실시예 5에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 라우레스-4 카르복실레이트) 136.8g을 얻었다.

<93> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(60H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(72H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<94> <실시예 20> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 라우레스-6 카르복실레이트)의 제조

<95> 실시예 6에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 라우레스-6 카르복실레이트) 164.2g을 얻었다.

<96> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.16(16H), 3.66(92H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(72H), 0.89(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<97> <실시예 21> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 라우레스-10 카르복실레이트)의 제조

<98> 실시예 7에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 라우레스-10 카르복실레이트) 234.1g을 얻었다.

<99> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(156H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(72H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<100> <실시예 22> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 세테스-4 카르복실레이트)의 제조

<101> 실시예 8에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 세테스-4 카르복실레이트) 148.9g을 얻었다.

<102> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(60H), 3.47(8H, t, $J=6.6\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(104H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<103> <실시 예 23> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 세테스-6 카르복실레이트)의 제조

<104> 실시 예 9에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시 예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 세테스-6 카르복실레이트) 174.8g을 얻었다.

<105> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(92H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.56(8H, m), 1.26(104H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<106> <실시 예 24> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 세테스-10 카르복실레이트)의 제조

<107> 실시 예 10에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시 예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 세테스-10 카르복실레이트) 259.0g을 얻었다.

<108> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.18(16H), 3.67(156H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(104H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<109> <실시 예 25> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 올레일 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 올레스-6 카르복실레이트)의 제조

<110> 실시예 11에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 올레일 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 올레스-6 카르복실레이트) 208.7g을 얻었다.

<111> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 5.64(8H), 4.17(16H), 3.67(92H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 2.01(16H), 1.57(8H, m), 1.27(80H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<112> <실시예 26> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 스테아레스-4 카르복실레이트)의 제조

<113> 실시예 12에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 스테아레스-4 카르복실레이트) 159.1g을 얻었다.

<114> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.68(60H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(120H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<115> <실시예 27> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 스테아레스-6 카르복실레이트)의 제조

<116> 실시예 13에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 스테아레스-6 카르복실레이트) 194.8g을 얻었다.

<117> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(92H), 3.47(8H, t, $J=6.6\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(120H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<118> <실시예 28> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 스테아레스-10 카르복실레이트)의 제조

<119> 실시예 14에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 27.0g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(3/4 EO/OH) 스테아레스-10 카르복실레이트) 250.7g을 얻었다.

<120> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(156H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.58(8H, m), 1.26(120H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<121> <실시예 29> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 헥실 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 헥세스-4 카르복실레이트)의 제조

<122> 실시예 1에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 혼합 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 헥세스-4 카르복실레이트) 183.5g을 얻었다.

<123> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(108H), 3.43(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.56(8H, m), 1.26(24H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<124> <실시예 30> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 혼합 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 헥세스-6 카르복실레이트)의 제조

<125> 실시예 2에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 혼합 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 헥세스-6 카르복실레이트) 187.1g을 얻었다.

<126> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.18(16H), 3.66(140H), 3.44(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.56(8H, m), 1.26(24H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<127> <실시예 31> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 혼합 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 카프레스-4 카르복실레이트)의 제조

<128> 실시예 3에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4

EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 카프레스-4 카르복실레이트) 170.2g을 얻었다.

<129> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(108H), 3.45(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(40H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<130> <실시예 32> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 카프레스-6 카르복실레이트)의 제조

<131> 실시예 4에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 옥틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 카프레스-6 카르복실레이트) 201.1g을 얻었다.

<132> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(140H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.56(8H, m), 1.26(40H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<133> <실시예 33> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 라우레스-4 카르복실레이트)의 제조

<134> 실시예 5에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 라우레스-4 카르복실레이트) 188.8g을 얻었다.

<135> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.16(16H), 3.66(108H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(72H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<136> <실시 예 34> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 라우레스-6 카르복실레이트)의 제조

<137> 실시 예 6에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시 예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 라우레스-6 카르복실레이트) 213.7g을 얻었다.

<138> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.16(16H), 3.66(140H), 3.46(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(72H), 0.89(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<139> <실시 예 35> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 라우레스-10 카르복실레이트)의 제조

<140> 실시 예 7에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시 예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 라우릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 라우레스-10 카르복실레이트) 286.3g을 얻었다.

<141> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(204H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.28(72H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<142> <실시예 36> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 세테스-4 카르복실레이트)의 제조

<143> 실시예 8에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 세테스-4 카르복실레이트) 199.3g을 얻었다.

<144> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.66(108H), 3.47(8H, t, $J=6.6\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(104H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<145> <실시예 37> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 세테스-6 카르복실레이트)의 제조

<146> 실시예 9에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 세테스-6 카르복실레이트) 224.8g을 얻었다.

<147> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(140H), 3.46(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.56(8H, m), 1.26(104H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<148> <실시예 38> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 세테스-10 카르복실레이트)의 제조

<149> 실시예 10에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 세틸 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 세테스-10 카르복실레이트) 301.2g을 얻었다.

<150> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.18(16H), 3.67(204H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(104H), 0.89(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<151> <실시예 39> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 올레일 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 올레스-6 카르복실레이트)의 제조

<152> 실시예 11에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트 올레일 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 올레스-6 카르복실레이트) 290.4g을 얻었다.

<153> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 5.63(8H), 4.16(16H), 3.67(140H), 3.48(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 2.02(16H), 1.57(8H, m), 1.27(80H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<154> <실시예 40> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트
스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 스테아레스-4 카르복실레이트)의
제조

<155> 실시예 12에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 스테아레스-4 카르복실레이트) 220.0g을 얻었다.

<156> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.68(108H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(120H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<157> <실시예 41> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트
스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 스테아레스-6 카르복실레이트)의
제조

<158> 실시예 13에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 스테아레스-6 카르복실레이트) 241.3g을 얻었다.

<159> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(140H), 3.47(8H, t, $J=6.6\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.27(120H), 0.87(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<160> <실시예 42> 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 에톡실레이트
스테아릴 에테르(펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 스테아레스-10 카르복실레이트)의
제조

<161> 실시예 14에서 펜타에리스리톨 대신에, 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 79.7g(100mmol)을 사용하여 실시예 1과 동일한 방법으로 펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 글리콜산 에스테르 스테아릴 에테르 (펜타에리스리톨 에톡실레이트(15/4 EO/OH) 스테아레스-10 카르복실레이트) 300.7g을 얻었다.

<162> $^1\text{H-NMR}$ (in CHCl_3): 4.17(16H), 3.67(204H), 3.47(8H, t, $J=6.9\text{Hz}$), 1.57(8H, m), 1.26(120H), 0.88(12H, t, $J=6.6\text{Hz}$)

<163> <시험예 1> 피부내 수분량 증가 효과 평가

<164> 실시예에서 얻은 화합물들에 대하여 피부내 수분량 증가 정도를 비교하였다. 피부내 수분량 증가 측정 실험은 탈모 기니피그(hairless Guinea pig) 50마리를 10개조로 나누고, 실시예에서 얻은 화합물들을 각 조에 나누어 측정하였다.

<165> 구체적으로, 핀(Finn) 챔버를 이용하여 아세톤으로 30분간 시험 동물들의 옆구리에 패취하여 피부 장벽을 손상시킨 다음, 패취한 자리에 시험 물질을 각각 $200\mu\text{l}$ 씩 도포하였으며, 수분량 측정기(Corneometer)를 이용하여 각질층의 수분량을 측정하여 평가하였다. 기기 측정은 아세톤 패취 제거 직후 및 패취 제거 후 6시간, 12시간, 24시간, 48시간에 측정하였다. 아세톤 처리 직후의 값을 100으로 하여 피부내의 수분량의 변화를 관찰하였다. 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<166> 【표 1】

측정지기		아세톤 처리직후	시료 도포 후			
			6시간	12시간	24시간	48시간
Vehicle (PG:EtOH=7:3)		100	98	95	93	86
글리세롤		100	109	113	115	117
실시예	5	100	98	99	103	105
	10	100	101	105	109	113
	17	100	103	106	108	104
	22	100	100	105	109	115
	29	100	106	109	111	109
	34	100	105	110	116	114
	38	100	108	111	112	114
	46	100	106	110	109	111

<167> 위의 표 1에서 보는 바와 같이, 본 발명의 펜타에리스리톨 유도체는 vehicle(프로필렌글리콜:에탄올=7:3)에 비하여 피부내의 수분량을 증가시키는 효과를 보였으며, 글리세롤과도 유사한 능력을 보였다.

<168> <시험예 2> 건조환경에서의 수분 유지력 평가

<169> 실시예에서 얻은 화합물들에 대하여 건조환경에서의 수분 유지력을 측정, 비교하였다.

<170> 구체적으로, 실시예에서 얻은 화합물들의 수분 함유량이 60%가 되게끔 시료를 제조하고, 시료를 항온항습기(18°C, 상대습도 20%)에 보관하면서 시간에 따른 무게를 측정하여 수분 함유량의 변화를 관찰함으로써, 화합물의 수분 유지력을 평가하였다. 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

<171>

【표 2】

화합물	조기	1시간	2시간	4시간	6시간
vehicle (PG:EtOH=7:3)	60	54	46	35	21
글리세롤	60	57	50	41	25
실시예	5	60	58	55	49
	10	60	58	57	50
	17	60	57	53	47
	22	60	56	52	48
	29	60	57	55	50
	34	60	58	56	49
	38	60	58	52	44
	46	60	57	55	48
					34

<172> 위의 표 2에서 보는 바와 같이, 본 발명의 펜타에리스리톨 유도체는 vehicle(프로필렌글리콜:에탄올=7:3)이나 글리세롤에 비하여 높은 수분 유지력을 보였다.

<173> 이상의 시험예 1, 2의 결과로부터, 본 발명에 의해 제공되는 펜타에리스리톨 유도체는 피부에 적용되었을 때 각질층의 수분 유지 능력을 향상시킬 수 있으며, 특히 건조환경에서도 높은 보습력을 나타냄을 알 수 있다. 따라서, 본 발명의 펜타에리스리톨 유도체를 함유하는 화장료의 경우, 높은 보습력과 더불어 높은 보습지속력, 특히 건조환경에서도 우수한 보습 효과를 제공할 수 있다.

<174> 이하의 제조예 및 시험예 3에서는 본 발명의 펜타에리스리톨 유도체를 함유하는 액정베이스를 제조하여, 액정베이스의 안정성을 평가하였다.

<175> <제조예 1~24> 액정베이스의 제조

<176> 실시예에서 얻은 펜타에리스리톨 유도체를 함유하는 액정베이스를 제조하였다. 액정베이스는 인체의 피부에 존재하는 지질의 분석 조건에 근거하여 본 발명의 펜타에리스리톨 유도체, 지방산, 콜레스테롤을 적당한 조성으로 혼합하여 제조하였다. 사용한 지방산의 종류와 각 성분의 함량은 하기 표 3에 나타내었다.

<177> 【표 3】

제조예	펜타에리스리톨 유도체		지방산		콜레스테롤
	종류	함량	종류	함량	
1	실시예 10	33.3	스테아르산	33.3	33.3
2		33.3	팔미트산	33.3	33.3
3		39	스테아르산	28	33
4		39	팔미트산	28	33
5		52	스테아르산	16	32
6		52	팔미트산	16	32
7	실시예 22	33.3	스테아르산	33.3	33.3
8		33.3	팔미트산	33.3	33.3
9		39	스테아르산	28	33
10		39	팔미트산	28	33
11		52	스테아르산	16	32
12		52	팔미트산	16	32
13	실시예 34	33.3	스테아르산	33.3	33.3
14		33.3	팔미트산	33.3	33.3
15		39	스테아르산	28	33
16		39	팔미트산	28	33
17		52	스테아르산	16	32
18		52	팔미트산	16	32
19	실시예 46	33.3	스테아르산	33.3	33.3
20		33.3	팔미트산	33.3	33.3
21		39	스테아르산	28	33
22		39	팔미트산	28	33
23		52	스테아르산	16	32
24		52	팔미트산	16	32

<178> <시험예 3> 액정베이스의 액정 형성능 평가

<179> 제조예 1~24의 액정베이스를 편광현미경을 통하여 액정 형성여부를 관측해 보았다. 대부분의 화합물에서 라멜라 액정의 전형적인 클로버 모양을 띠는 편광결과와 같은 액정을 관찰할 수 있었다. 도 1 내지 도 4에 대표적인 예를 나타내었다.

<180> 이러한 결과로부터, 본 발명의 펜타에리스리톨 유도체는 액정베이스내에서 안정하게 액정을 형성할 수 있음을 알 수 있다. 본 발명의 펜타에리스리톨 유도체는 액정베이스 총 중량에 대해 10~70중량%의 양으로 배합될 수 있다.

【발명의 효과】

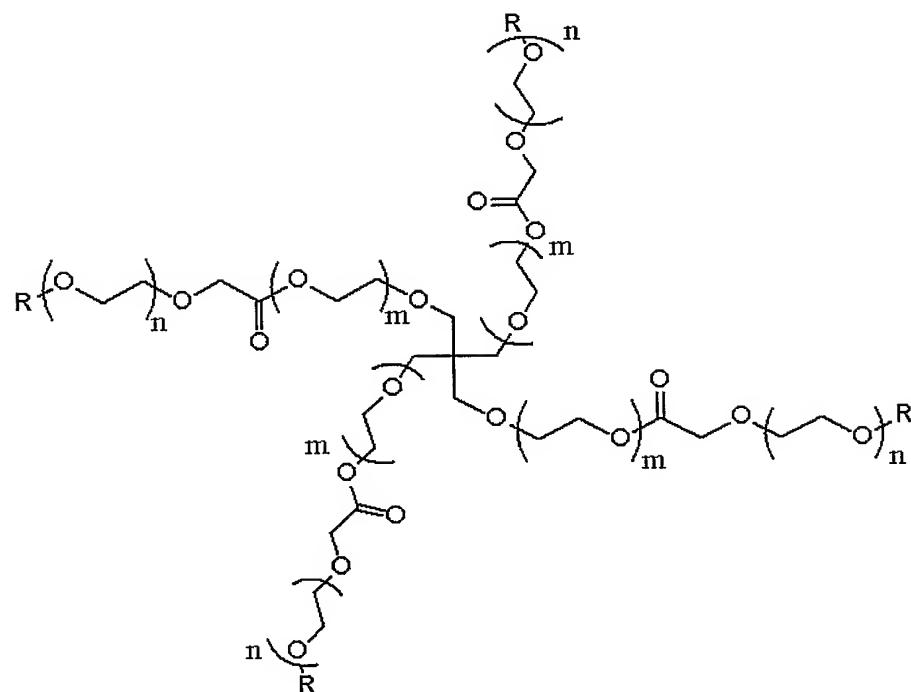
<181> 이상에서 서술한 바와 같이, 본 발명에 의해 제공되는 화학식 1의 펜타에리스리톨 유도체 및 이를 포함하는 액정베이스는 높은 보습력과 더불어 높은 보습지속력, 특히 건조환경에서 우수한 보습 효과를 제공할 수 있으며, 피부보습 효과를 목적으로 하는 화장료에 유용하게 배합될 수 있다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

하기 화학식 1로 표시되는 펜타에리스리톨 유도체:

[화학식 1]



상기 식에서, R은 서로 동일하거나 다른 수소 또는 히드록시기를 포함하거나 포함하지 않는 탄소수 1 내지 24개의 포화, 불포화 및 직쇄, 분지쇄를 포함하는 알킬기이고; m은 0 내지 10, n은 1 내지 10의 서로 동일하거나 다른 정수이다.

【청구항 2】

(1) 펜타에리스리톨, 펜타에리스리톨 에톡실레이트 또는 펜타에리스리톨 프로폭실레이트를, 에틸렌글리콜 반복기($-OCH_2CH_2O-$)를 갖는 카르복실산과, 산 촉매 존재하에 환류시켜 펜타에리스리톨 유도체를 합성하는 단계; 및

(2) 상기 단계 (1)에서 합성된 펜타에리스리톨 유도체를 정제하는 단계;
를 포함하는 것을 특징으로 하는, 제 1항에 기재된 펜타에리스리톨 유도체의 제조방법.

【청구항 3】

제 2항에 있어서, 상기 단계 (1)에서의 펜타에리스리톨 에톡실레이트 또는 펜타에리스리톨 프로폭실레이트는 분자 내에 전체적으로 4 내지 40개의 에틸렌글리콜 반복기($-OCH_2CH_2O-$) 또는 프로필렌글리콜 반복기($-OCH_2CH_2CH_2O-$)를 갖는 것임을 특징으로 하는 펜타에리스리톨 유도체의 제조방법.

【청구항 4】

제 2항에 있어서, 상기 단계 (1)에서의 카르복실산은 에틸렌글리콜 반복기($-OCH_2CH_2O-$)를 갖는, 탄소수 6 내지 75개의 포화, 불포화 및 직쇄, 분지쇄를 포함하는 카르복실산임을 특징으로 하는 펜타에리스리톨 유도체의 제조방법.

【청구항 5】

제 4항에 있어서, 상기 카르복실산은, 글리콜산 에톡실레이트 4-*tert*-부틸페닐 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 4-노닐페닐 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 헥실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 헬틸 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 옥틸 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 노닐 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 데실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 라우릴 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 테트라데실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 헥사데실 에테르, 글리콜산 에톡실레이트 스테아릴 에테르 및 글리콜산 에톡실레이트 올레일 에테르로 이루어진 군에서 선택된 것임을 특징으로 하는 펜타에리스리톨 유도체의 제조방법.



40024704

출력 일자: 2005/1/11

【청구항 6】

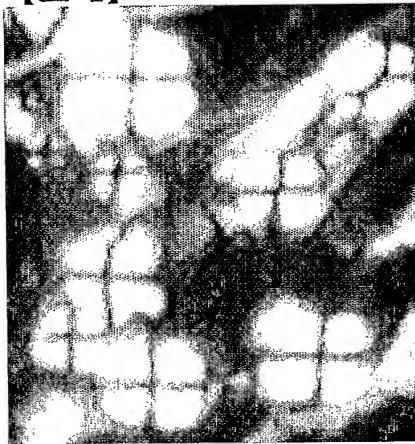
제 1항에 기재된 펜타에리스리톨 유도체를 10~70중량%의 양으로 함유하는 것을 특징으로 하는 액정베이스.

【청구항 7】

제 1항에 기재된 펜타에리스리톨 유도체를 함유하는 피부 보습제.

【도면】

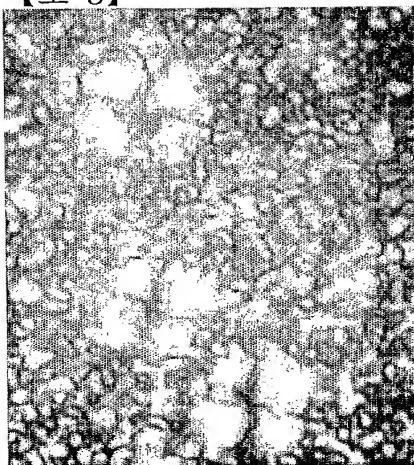
【도 1】



【도 2】



【도 3】



40024704

출력 일자: 2005/1/11

【도 4】



